



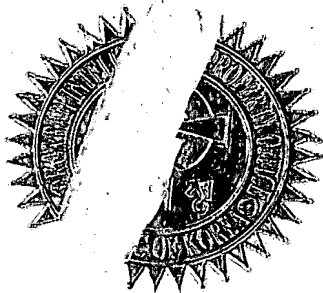
별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출원 번호 : 10-2002-0059519
Application Number

출원 년 월 일 : 2002년 09월 30일
Date of Application SEP 30, 2002

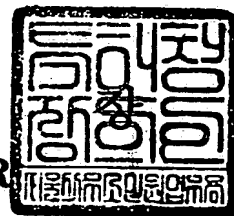
출원인 : 엘지전자 주식회사
Applicant(s) LG Electronics Inc.



2003 년 08 월 05 일

특 허 청

COMMISSIONER



Docket No.: K-0544

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of :

Kyung Hoon LEE, Jeong Dae SEO
and Hyoung Yun HO :

Serial No.: New U.S. Patent Application :

Filed: September 29, 2003 :

Customer No.: 34610 :

For: PURIFICATION APPARATUS AND METHOD

TRANSMITTAL OF CERTIFIED PRIORITY DOCUMENT

U.S. Patent and Trademark Office
2011 South Clark Place
Customer Window
Crystal Plaza Two, Lobby, Room 1B03
Arlington, Virginia 22202

Sir:

At the time the above application was filed, priority was claimed based on the following application:

Korean Patent Application No. P2002-59519 filed September 30, 2002.

A copy of each priority application listed above is enclosed.

Respectfully submitted,
FLESHNER & KIM, LLP

Daniel Y.J. Kim
Registration No. 36,186

P.O. Box 221200
Chantilly, Virginia 20153-1200
703 502-9440 DYK/dak
Date: September 29, 2003

Please direct all correspondence to Customer Number 34610

【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【참조번호】	0002
【제출일자】	2002.09.30
【국제특허분류】	C09K
【발명의 명칭】	유기물 정제 장치
【발명의 영문명칭】	refining method for organic matter
【출원인】	
【명칭】	엘지전자 주식회사
【출원인코드】	1-2002-012840-3
【대리인】	
【성명】	김용인
【대리인코드】	9-1998-000022-1
【포괄위임등록번호】	2002-027000-4
【대리인】	
【성명】	심창섭
【대리인코드】	9-1998-000279-9
【포괄위임등록번호】	2002-027001-1
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이경훈
【성명의 영문표기】	LEE, Kyung Hoon
【주민등록번호】	740113-1673711
【우편번호】	151-080
【주소】	서울특별시 관악구 남현동 602-165 308호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	서정대
【성명의 영문표기】	SEO, Jeong Dae
【주민등록번호】	721009-1768121

【우편번호】	427-070
【주소】	경기도 과천시 주암동 66-8 301호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	오형운
【성명의 영문표기】	OH, Hyoung Yun
【주민등록번호】	690828-1030917
【우편번호】	156-091
【주소】	서울특별시 동작구 사당1동 1016-24
【국적】	KR
【심사청구】	청구
【취지】	특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인 김용인 (인) 대리인 심창섭 (인)
【수수료】	
【기본출원료】	12 면 29,000 원
【가산출원료】	0 면 0 원
【우선권주장료】	0 건 0 원
【심사청구료】	6 항 301,000 원
【합계】	330,000 원
【첨부서류】	1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】**【요약】**

본 발명은 용해도가 떨어지는 고체유기물 정제에 적합한 유기물 정제 장치를 제공하기 위한 것으로서, 반사형 콘덴서, 속슬렛관, 그리고 플라스크로 구성되어 유기물을 정제하는 속슬렛 장치에 있어서, 상기 속슬렛관 하단에 혼합물의 극성차를 이용하여 물질을 분리하는 정지상을 구성하는데 있다.

【대표도】

도 1

【색인어】

정제 장치, 속슬렛법, 액체크로마토 그래피법

【명세서】

【발명의 명칭】

유기물 정제 장치{refining method for organic matter}

【도면의 간단한 설명】

도 1 은 본 발명에 따른 유기물 정제 장치

*도면의 주요부분에 대한 부호의 설명

10 : 반사형 콘덴서 20 : 속슬랫

30 : 셀룰로오스 팀블 40 : 모세관

50 : 정지상 60 : 솜

70 : 바다 모래 80 : 유기용매

90 : 플라스크 100 : 교반자석 또는 끓임쪽

110 : 히터

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

- <9> 본 발명은 유기물 정제 장치에 관한 것으로, 특히 용해도가 떨어지는 고체를 정제하는 정제장치에 관한 것이다.
- <10> 합성된 고체 유기물질의 정제에 있어서 기존에는 재결정 방법, 크로마토그래피법, 승화법 등을 사용하여 왔다.

- <11> 상기 재결정 방법은 고체를 용매에 가열하여 녹여서 과포화 상태를 만든 후 냉각시키면 순수한 물질들이 결정으로 떨어지게 되며 불순물은 용매에 남아있게 되는 방법이다.
- <12> 그리고 상기 크로마토그래피법은 불순한 물질이 포함된 용질을 극성이 높은 정지상을 지나게 함으로 혼합물의 극성차에 의해 물질을 분리하는 방법이다.
- <13> 이때 물질이 흘러나오도록 하는 것을 이동상이라고 하는데 보통 정지상은 실리카겔, 알루미나 등을 사용하며 이동상으로 유기 용매를 사용한다.
- <14> 다음으로 Hans J, Wagner 등이 고안한 승화법이 있다(Journal of Materials Science 17(1982)2781~2791).
- <15> 상기 승화법은 혼합물의 다른 물질간에 극성이 유사하여 크로마토그래피법이나, 재결정으로 분리가 어렵지만 녹는점의 차이가 크게 날 때 사용하는 방법이다.
- <16> 즉, 혼합물을 열원에 올려놓고 녹는점 근처까지 온도를 올리며 질소를 넣어 준다. 이때 질소가 이동상이 된다.
- <17> 그리고 질소에 의해 운반되는 혼합물 가스가 포집되도록 이동하는 경로에 온도 계층(grade)을 두면 각 물질들은 적당한 온도 구간에서 맺히게 되며, 이를 구간별로 회수하여 물질을 분리한다.
- <18> 그러나 이와 같은 유기물질 정제방법은 정제하는 물질에 따라서 높은 온도와 많은 시간을 필요로 하며, 또한 유기물질의 증착시에도 정제 때와 동일하게 많은 시간 및 높은 온도가 필요하며, 고온에 의한 유기물질 정제는 유기물질의 분해를 초래시키기도 한다.

<19> 또한, 승화법으로 정제를 할 때, 거의 유사한 온도에서 함께 날아가는 물질이 있을 경우는 분리가 불가능하며 이 때는 재결정 방법 및 크로마토그래피법을 다시 이용하여 유사온도에서 날아가는 불순물을 제거해야만 하는 번거로움이 있다.

<20> 아울러 상기 유기 EL에 사용되는 물질은 혼합물의 용해도가 매우 떨어지므로 새로운 방법의 정제법이 요구되고 있는 실정이다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<21> 따라서 본 발명은 상기와 같은 문제점들을 해결하기 위해 안출한 것으로서, 용해도가 떨어지는 고체유기물 정제에 적합한 유기물 정제 장치를 제공하는데 그 목적이 있다.

【발명의 구성 및 작용】

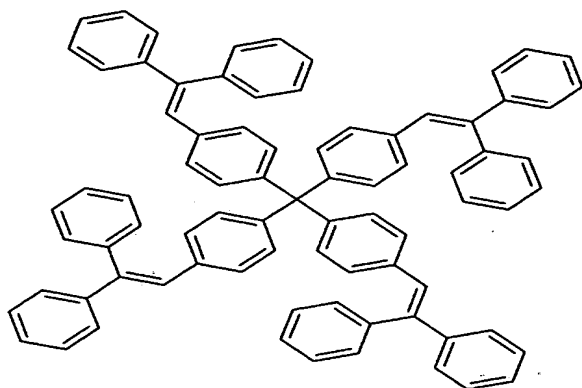
<22> 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 유기물 정제 장치의 특징은 정제하고자 하는 고체형 유기물을 담고 있는 셀룰로오스 팀블과, 용매를 담고 있는 플라스크에 열을 가해 담겨있는 용매를 증류시키는 히터와, 상기 증류되는 용매를 냉각수를 통해 액화시키고 하단에 위치하는 셀룰로오스 팀블 안으로 주입하여 고체형 유기물을 용해시키는 반사형 콘덴서와, 상기 셀룰로오스 팀블 안으로 주입되는 용매를 이동상으로 혼합물의 극성차를 이용하여 물질을 분리하는 정지상과, 상기 정지상을 통해 분리된 액체가 관 내부에 일정 높이까지 차게 되면 표면 장력의 차에 의해서 모세관을 통해 일시에 빠져나가는 속슬렛을 포함하여 구성되는데 있다.

<23> 이때, 상기 정지상은 실리카겔, 알루미나, 셀리트(celite), 그리고 활성화된 카본 중 어느 하나이며, 상하부에 바다 모래가 형성된 구조를 갖는 것이 바람직하다.

- <24> 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 유기물 정제 장치의 다른 특징은 반사형 콘덴서, 속슬렛관, 그리고 플라스크로 구성되어 유기물을 정제하는 속슬렛 장치에 있어서, 상기 속슬렛관 하단에 혼합물의 극성차를 이용하여 물질을 분리하는 정지상을 구성하는데 있다.
- <25> 본 발명의 다른 목적, 특성 및 잇점들은 첨부한 도면을 참조한 실시예들의 상세한 설명을 통해 명백해질 것이다.
- <26> 본 발명에 따른 유기물 정제 장치의 바람직한 실시예에 대하여 첨부한 도면을 참조하여 설명하면 다음과 같다.
- <27> 도 1 은 본 발명에 따른 유기물 정제 장치를 나타낸 도면이다.
- <28> 도 1을 보면, 정제하고자 하는 고체형 유기물을 담고 있는 셀룰로오스 텀블(30)과, 유기용매(80)를 담고 있는 플라스크(90)와, 상기 플라스크(90)에 열을 가해 담겨있는 유기용매(80)를 증류시키는 히터(110)와, 상기 증류되는 유기용매(80)를 냉각수를 통해 액화시키고 하단에 위치하는 셀룰로오스 텀블(30) 안으로 주입하여 고체형 유기물을 용해시키는 반사형 콘덴서(10)와, 상기 셀룰로오스 텀블(30) 안으로 주입되는 유기용매(80)를 이동상으로 하단에 위치한 극성이 높은 물질로 지나가게 함으로서 혼합물의 극성차를 이용하여 물질을 분리하는 정지상(50)과, 상기 정지상(50)을 통해 분리된 액체가 관 내부에 일정 높이까지 차게 되면 표면 장력의 차에 의해서 모세관(40)을 통해 일시에 빠져나가는 속슬렛(20)으로 구성된다.

- <29> 이때, 상기 모세관(40)을 통해 빠져나오는 이동상인 유기용매(80)는 액체의 끓는점 이상으로 유지되는 플라스크(90)에 다시 모이게 되며, 이때 유기용매에 용해되는 정지상을 통과하여 분리된 유기물도 플라스크에 모이게 되도록 구성된다.
- <30> 그리고 상기 정지상(50)은 실리카겔, 알루미나, 셀리트(celite), 그리고 활성화된 카본 등의 상하부에 바다 모래(70)가 형성되어 구성된다.
- <31> 또한 상기 모세관(40)의 입구는 솜에 의해 막혀있는 구조를 갖고 있다.
- <32> 이와 같이 구성된 본 발명에 따른 유기물 정제 장치의 실시예를 첨부한 도면을 참조하여 상세히 설명하면 다음과 같다.
- <33> 먼저, 사용되는 유기물은 구조식 1과 같이 잘 용해되지 않는 물질로서, 반응에 함유된 금속 산화물을 불순물로 함유하고 있다. 특히, 이 물질은 재결정으로도 제거가 불가능하며 승화법을 이용해도 불순물이 계속 따라나오게 된다.
- <34> 이와 같은 유기물을 도 1과 같이 속슬렛(soxhlet)(20)을 장착하고 모세관(40)에 실리카겔이 따라나가지 않도록 솜(60)을 이용하여 막아준다.
- <35> 이 위에 얇게 바다 모래(sea sand)(70)를 깔아 주고 그 위에 극성이 높은 실리카겔 또는 알루미나(50)를 3cm되도록 채운다. 그리고 둥근 바닥모양의 플라스크(90)에 유기용매(80)인 메틸렌 염화물(methylene chloride)을 채우고 속슬렛(20)과 패킹(packing)한다.
- <36> 셀룰로오스 텀블(cellulose thimble)(30)에 다음 구조식 1의 물질을 1g 넣은 후 속슬렛(20) 안에 넣는다.
- <37> [구조식 1]

<38>



<39> 그리고 상기 속슬렛(20) 위에 반사형 콘덴서(condenser)(10)를 달고 1l 플라스크(90)에 유기용매(80) 700ml를 넣은 후 하부에 위치하는 유기용매(80)가 들어있는 플라스크(90)에 히터(110)를 통해 100℃로 가열한다.

<40> 그러면 상기 플라스크(90) 내에 있는 유기 용매(80)가 증류되어 반사형 콘덴서(10)에 맺히게 되고, 이는 속슬렛(20) 내부의 셀룰로오스 팀블(30) 안으로 떨어지게 된다. 이에 따라 셀룰로오스 팀블(30) 안에 있는 고체형 유기물이 용해된다.

<41> 이때, 상기 반사형 콘덴서(10)는 냉각수를 이용하여 증류되는 유기용매(80)를 액화시킨다.

<42> 이어 상기 셀룰로오스 팀블(30) 내에 유기용매(80)와 용해된 유기물이 일정 높이까지 채워지면 상기 유기용매(80)가 이동상으로 하단에 있는 바다모래(70)와 실리카겔, 알루미나, 셀리트(celite), 그리고 활성화된 카본 등으로 구성된 정지상(50)을 통과하여 모세관(40)을 통해 빠져나가게 된다.

- <43> 이때, 정제된 유기물도 함께 빠져나가며, 정제되지 않은 불순물인 금속 산화물은 상기 바다모래(70)와 실리카겔, 알루미나, 셀리트(celite), 그리고 활성화된 카본 등으로 구성된 정지상(50)을 통과하지 못하고 걸러지게 된다.
- <44> 그리고, 상기 모세관(40)의 입구에 솜을 위치시켜 상기 정제된 유기물과 유기용매(80)가 빠져나가는 입구를 막음으로서, 실리카겔, 알루미나, 셀리트(celite), 그리고 활성화된 카본 등이 모세관(40)을 통해 밖으로 나가는 것을 막아준다.
- <45> 그리고 상기 모세관(40)을 통해 밖으로 빠져나온 유기용매(80) 및 정제된 유기물(100)은 하단에 위치하는 유기용매(80)가 담겨져 있는 플라스크(90)로 들어가게 된다.
- <46> 이 과정이 연속적으로 이루어지게 되면, 약 12시간 후 플라스크(90) 안에는 정제된 깨끗한 유기물이 떠다니고, 또한 실리카겔 윗면은 금속 산화물인 불순물이 겹겹이 잡혀있게 된다.
- <47> 그러면 플라스크(90)에 있는 유기용매(80)를 필터하여 정제된 유기물(100)을 얻을 수 있으며 이렇게 정제된 유기물을 승화법으로 정제할 경우 매우 순수한 물질을 얻을 수 있게 된다.
- <48> 이렇게 정제된 물질과 그렇지 않은 물질을 이용하여 소자를 만들었을 경우, 확연한 차이를 관찰할 수 있다.
- <49> 구조식 1의 NPD를 이용한 소자의 구조인 ITO(1200 Å) CuPc(250 Å) NPD(350 Å) Alq3(300 Å) LiF(5 Å) Al(1000 Å)의 소자구조를 가질 때, 구조식 1 물질의 정제 방법에 따른 소자의 특성을 비교하면, 표 1과 같이 속슬렛(soxhlet)(20)을 이용하여 정제된 물질과 그렇지 않은 물질간의 휘도와 색좌표(C.I.E)가 크게 차이가 나는 것을 알 수 있다.

<50> 그러므로 속슬렛(soxhlet)(20)을 이용한 물질정제는 유기 EL소자의 특성을 향상시키므로 물질 정제에 있어 속슬렛(20)을 이용한 물질 정제가 탁월함을 알 수 있다.

<51> 【표 1】

	전류(mA)	전압(V)	휘도(cd/m^2)	C.I.E(x,y)
정제 안된 물질	1	12.0	66.0	(0.214,0.300)
정제된 물질	1	9.3	114.5	(0.187,0.228)

<52> 이와 같이 본 발명은 기존의 속슬렛(soxhlet)법과 액체크로마토그래피법을 동시에 이용하는 방법을 사용하여 소량의 용매를 이용하여 용해도가 떨어지는 고체를 연속적으로 녹여 정제하게 된다.

【발명의 효과】

<53> 이상에서 설명한 바와 같은 본 발명에 따른 유기물 정제 장치는 기존 속슬렛법과 액체크로마토그래피법의 문제점인 용해도가 떨어지는 유기물의 정제를 손쉽게 정제할 수 있는 효과가 있다. 또한 유기 EL소자의 특성을 향상시킬 수 있는 효과가 있다.

<54> 이상 설명한 내용을 통해 당업자라면 본 발명의 기술 사상을 이탈하지 아니하는 범위에서 다양한 변경 및 수정이 가능함을 알 수 있을 것이다.

<55> 따라서, 본 발명의 기술적 범위는 실시예에 기재된 내용으로 한정되는 것이 아니라 특허 청구의 범위에 의하여 정해져야 한다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

정제하고자 하는 고체형 유기물을 담고 있는 셀룰로오스 팀블과,
용매를 담고 있는 플라스크에 열을 가해 담겨있는 용매를 증류시키는 히터와,
상기 증류되는 용매를 냉각수를 통해 액화시키고 하단에 위치하는 셀룰로오스 팀블
안으로 주입하여 고체형 유기물을 용해시키는 반사형 콘덴서와,
상기 셀룰로오스 팀블 안으로 주입되는 용매를 이동상으로 혼합물의 극성차를
이용하여 물질을 분리하는 정지상과,
상기 정지상을 통해 분리된 액체가 관 내부에 일정 높이까지 차게 되면 표면 장력
의 차에 의해서 모세관을 통해 일시에 빠져나가는 속슬렛을 포함하여 구성되는 것을 특
징으로 하는 유기물 정제 장치.

【청구항 2】

제 1 항에 있어서,
상기 정지상은 실리카겔, 알루미나, 셀리트(celite), 그리고 활성화된 카본 중 어
느 하나인 것을 특징으로 하는 유기물 정제 장치.

【청구항 3】

제 1 항에 있어서,
상기 모세관은 솜으로 막혀 있는 것을 특징으로 하는 유기물 정제 장치.

【청구항 4】

제 1 항에 있어서,

상기 정지상은 실리카겔, 알루미나, celite, 그리고 활성화된 카본 중 어느 하나와, 상하부에 바다 모래가 형성된 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 유기물 정제 장치.

【청구항 5】

제 1 항에 있어서,

상기 용매는 유기 용매인 것을 특징으로 하는 유기물 정제 장치.

【청구항 6】

반사형 콘덴서, 속슬렛관, 그리고 플라스크로 구성되어 유기물을 정제하는 속슬렛 장치에 있어서,

상기 속슬렛관 하단에 혼합물의 극성차를 이용하여 물질을 분리하는 정지상을 구성하고 있는 것을 특징으로 하는 유기물 정제 장치.

【도면】

【도 1】

